تأثیر گرمایش سریع بر ریزساختار و پایداری حرارتی آلیاژ پایه نیکل آلومیناید IC221M*

حسین بنا متجدد امروز[۱] منصور سلطانیه[۲]

چکیده

تاثیر گرمایش القایی سریع بر پایداری حرارتی آلیاژ پایه نیکل آلومیناید IC221M، حاوی کروم، مولیبدن زیرکونیوم و بور، مورد بررسی قرار گرفت. آلیاژ با روش ذوب مجدد قوسی تحت خلاء تولید شد. تغییرات ریزساختاری آلیاژ در مناطق دندریتی و بین دندریتی در اثر عملیات حرارتی سریع در دمای ۱۱۰۰ درجه سانتیگراد، با کمک میکروسکوپ الکترونی روبشی و انجام آنالیز تصویری دنبال شد. نتایج این بخش با نتایج حاصل از عملیات حرارتی عادی مقایسه شد. با بررسی نتایج مشخص گردید که عملیات گرمایش سریع سبب تسریع حذف ساختار غنی از زیرکونیوم در مناطق بین دندریتی می‌شود. همچنین سرعت رشد ذرات رسوبی در نواحی دندریتی نیز، متاثر از این عملیات تسریع می شود. مکانیزم رشد ذرات رسوبی با انجام آنیل سریع، با کمک رسم نمودارهای توزیع اندازه ذرات رسوبی آنیل شده و مقایسه با نمودارهای مربوط به مدلهای LSW، TIDC و Hillert تعیین و مشخص شد که مکانیزم رشد در اثر گرمایش سریع ثابت می‌ماند.

واژه های کلیدی آلیاژ پایه نیکل آلومیناید IC221M، گرمایش سریع القایی، ساختار غنی از زیرکونیوم، رشد ذرات رسوبی

Rapid Heating Effects on Microstructure and Thermal Stability of a Ni_3Al Base Alloy, IC221M

M. Soltanieh H. B. Motejadded

Abstract

The effects of rapid induction heating on the thermal stability of a Ni_3Al base alloy containing Cr, Mo, Zr and B was investigated. The alloy was produced with vacuum-arc remelting technique. Microstructural changes in the dendritic and interdendritic region during rapid heating process are clarified using scanning electron microscopy and image analyzing technique. The results of this type of heat treatment were compared with normal heat treatment. Results showed that rapid heating can accelerate the elimination speed of high zirconium phase and also the growth kinetics of γ′ precipitates but has no significant effect on the growth mechanism.

Keywords Ni_3Al Base Intermetallic, Rapid Heating, Zirconium Rich Structure, Coarsening

* نسخهٔ نخست مقاله در تاریخ ۹۴/۵/۲۸ و نسخهٔ پایانی آن در تاریخ ۹۴/۸/۱۹ به دفتر نشریه رسیده است.

(۱) نویسنده مسئول: استادیار مهندسی مواد و متالورژی، دانشکده مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه علم و صنعت ایران.

Email: banna@iust.ac.ir

(۲) استاد، دانشکده مهندسی مواد و متالورژی، دانشکده فناوری های نوین، دانشگاه علم و صنعت ایران.

DOI: 10.22067/ma.v0i29.49175

مقدمه

مدت زمان طولانی است که ترکیبات بین فلزی مانند سیلیسیدها، بریلیدها و آلومینایدها کاندید استفاده در دماهای بالا هستند. تردی ذاتی این مواد یکی از عواملی است که تا حدودی بر کاربرد آنها تاثیر منفی گذاشته است [1]. چند ده سال پیش برخی محققان دریافتند که با افزودن برخی عناصر در حد میکروآلیاژی به این ترکیبات و نیز کنترل ریز ساختار [2,3] می توان سبب ممانعت از تردی آنها شد. در طی چند دهه اخیر تحقیقات گسترده ای به منظور استفاده از آلومینایدهایی مانند آلومیناید نیکل، آهن، تیتانیم، نایوبیوم و کبالت به عنوان مواد ساختاری در دماهای بالا انجام گرفته است [2]. این تحقیقات نشان داد که یکی از موفق ترین گروه‌های آلومینایدها، آلومیناید نیکل است. آلومیناید نیکل دارای چگالی کم، دمای ذوب بالا، مقاومت به سایش خوب که با افزایش دما افزایش می یابد، استحکام خوب در دماهای بالا، خواص خزشی عالی و نیز مقاومت به اکسیداسیون خوب می باشد[4-2]. محققان توانستند با افزودن عناصر آلیاژی برخی خواص آلومینیاید نیکل را بهبود ببخشند و به این ترتیب انواع مختلف از آلیاژهایی که بر پایه ترکیب بین فلزی Ni3Al می باشند، تولید شد. یکی از مهمترین انواع این آلومینایدهای نیکل، IC221M می باشد که حدود ۸/۲ درصد وزنی آلومینیوم، ۷/٦ درصد وزنی کروم، ۱/۷– ۲/۱ درصد وزنی زیرکونیوم، ۱/۵ درصد وزنی مولیبدن و مقداری در حدود ۰/۰۰۸ درصد وزنی بور دارد[1]. این مقدار بور به منظور کاهش تردی به آلیاژ اضافه می شود [2,4,5]. غلتک‌های تولید شده از آلیاژ مذکور، در صنعت تولید ورق‌های فولادی، به عنوان جایگزینی برای غلتکهای سری H، مطرح و مورد استفاده قرار گرفته است که سبب کاهش بسیاری از مشکلات آن شده است[1].

بر مبنای بررسی‌های انجام شده توسط لی و همکاران[7-6] ، آلیاژ پایه نیکل آلومیناید IC221M، دارای ریزساختاری دندریتی، شامل فاز زمینه محلول جامد نیکل، γ، یوتکتیک γ-γ' و ساختار غنی از زیرکونیوم است که این ساختار در مرحله نهایی انجماد، از فاز مذاب، جدایش می یابد [6].

انجام عملیات حرارتی، تاثیر قابل توجهی بر ریزساختار و به تبع آن بر رفتار این آلیاژ دارد. علی‌رغم تاثیر مثبت عنصر زیرکونیوم در انجماد آن، ساختار غنی از زیرکونیوم حاصل از آن، کارایی آلیاژ در دماهای بالا را تحت تاثیر قرار داده و با توجه به غیر تعادلی بودن، در این بخش مضر به نظر می‌رسد. عملیات حل سازی با حذف و کاهش قابل توجه کسر حجمی این ساختار، کارایی آلیاژ را بهبود می‌بخشد [1]. با توجه به زمان‌بر بودن این عملیات [8] استفاده از روش‌هایی که بتواند تا حد امکان زمان حذف را کاهش دهد، مطلوب است. از جمله روش‌های مناسب برای کاهش زمان حذف، استفاده از حرارت‌دهی سریع است. حرارت‌دهی سریع می‌تواند با القای تنش بر نمونه‌ها، موجب افزایش ضریب نفوذ عناصر شود [9]. با توجه به نفوذی بودن فرایند حذف ساختار غنی از زیرکونیوم [10] انجام این عملیات می‌تواند سبب کاهش زمان حذف باشد. در این تحقیق، تاثیر عملیات حرارتی القایی سریع، بر تغییرات ریزساختاری آلیاژ IC221M در مناطق دندریتی و بین دندریتی مورد بررسی قرار می‌گیرد.

روش تحقیق

آلیاژ IC221M، با ترکیب Ni-7.9Al-7.7Cr-1.4Mo-1.7Zr-0.008B، (درصد وزنی)، با روش ذوب مجدد قوسی تحت خلاء تولید شد. در ابتدا، ریز ساختار انجمادی آلیاژ، شامل نواحی دندریتی و بین دندریتی معرفی شد. در ادامه تاثیر عملیات حرارتی سریع بر ریزساختار آلیاژ تحقیق شد. عملیات آنیل در ۱۱۰۰ درجه سانتیگراد انجام شد. فرکانس حرارت‌دهی ۸۵۰۰ هرتز و سرعت گرمایش ۲۱ درجه سانتیگراد بر ثانیه بوده است. زمان آنیل نیز ۱۵ و ۳۰ دقیقه تعیین شد.

تغییرات ریزساختاری حاصل از این عمیات با نتایج حاصل از عملیات حرارتی نمونه ها با نرخ حرارت‌دهی حدود ۱۰ درجه سانتیگراد بر دقیقه در دمای ۱۱۰۰ درجه سانتیگراد مورد مقایسه قرار گرفت.

به منظور بررسی‌های متالوگرافی به کمک میکروسکوپ الکترونی روبشی، نمونه ها تحت عملیات سمباده زنی (تا ۱۵۰۰) و پولیش کاری قرار گرفتند و سپس با محلول گلیسریا، اچ شدند. محلول گلیسریا، ترکیبی از اسید نیتریک، اسید کلریدریک و گلیسیرین به نسبت ۱:۲:۲ می‌باشد. در مناطق دندریتی، اندازه شعاع متوسط ذرات رسوبی، با اندازه گیری شعاع حدود ۱۰۰ ذره به ازای هر نمونه، تعیین شد. با کمک استاندارد ASTM-E562-02، کسر حجمی فازهای رسوبی و نیز ساختار غنی از زیرکونیوم تعیین شد.

به کمک رابطه (۱) توزیع اندازه ذرات (Particle size distribution) تعیین و ترسیم شد و با تئوری‌های موجود مقایسه گردید. این رابطه با تابع g(u) نشان داده می‌شود که u نسبت شعاع ذره به اندازه شعاع متوسط است. به کمک نتایج این قسمت و نیز رسم منحنی‌های تغییرات اندازه ذرات در هر یک از دما های آنیل به توان پیش بینی شده در تئوری LSW، بر حسب زمان عملیات آنیل، تئوری حاکم بر رشد ذرات تعیین و مکانیزم رشد مشخص شد.

$$g(u)=\frac{n_i}{N}\times\frac{r_i}{\Delta r_i} \qquad (۱)$$

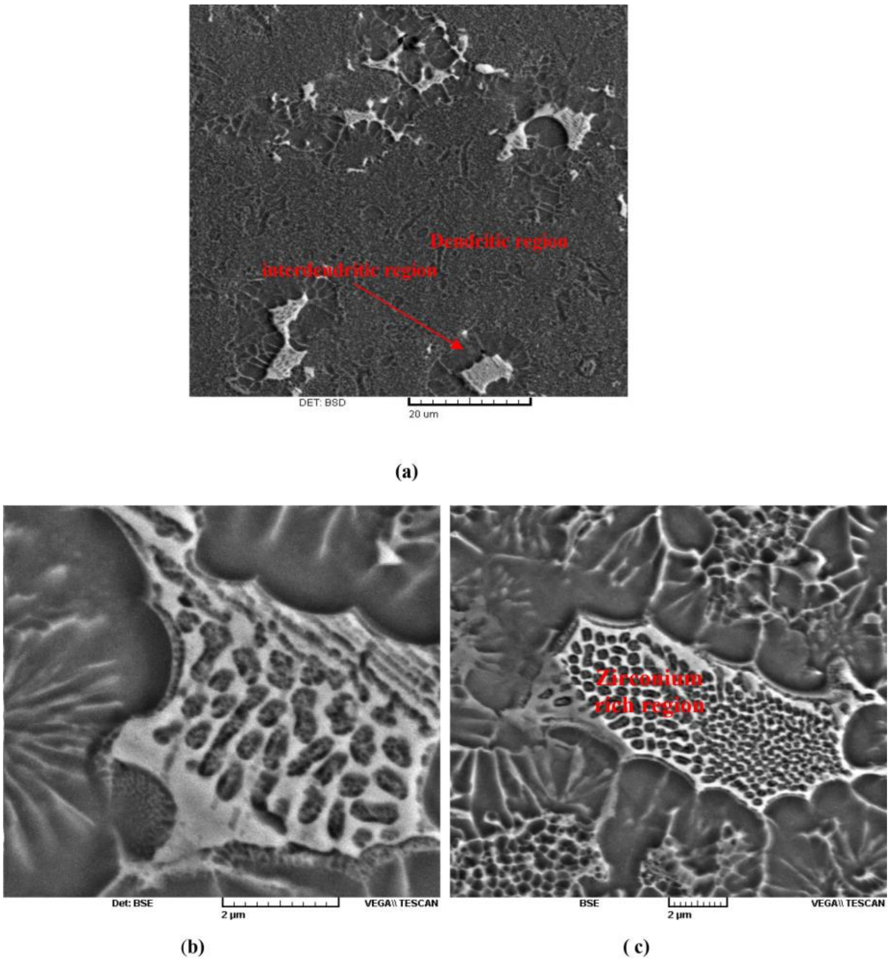
در رابطه (۱)، Δr_i محدوده i ام از شعاع ذره رسوبی، r_i شعاع ذره i ام، n_i تعداد ذره رسوبی شمارش شده در محدوده Δr_i و N تعداد کل ذراتی است که شعاع آنها اندازه‌گیری شده است.

نتایج و بحث

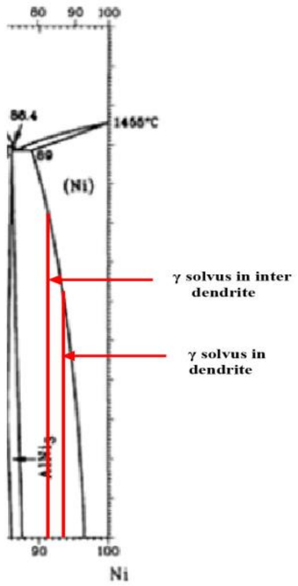
در شکل‌های (۱–a تا c) ریز ساختار آلیاژ IC221M در حالت ریختگی نشان داده شده است. در مناطق دندریتی γ' از فاز γ در حین سرد شدن از دماهای بالا رسوب می‌کند. وجود فازهای γ و γ' در نواحی بین دندریتی نتیجه استحاله یوتکتیکی هستند. ریزساختار در این بخش بیشتر به صورت ساختار درشت سلولی مشاهده می‌شود، (۱–a و b). بررسی‌های انجام شده در مورد ریز ساختار آلیاژ، به طور کلی ریز ساختاری شبیه آنچه در این شکل مشاهده می‌شود، پیشنهاد می‌دهد. در این بررسی‌ها ریز ساختار بلافاصله پس از ریخته‌گری و در دمای محیط، شامل سه فاز است. فاز Ni_3Al (γ') فاز عمده موجود در ساختار بوده که در نواحی دندریتی حاصل رسوب از فاز زمینه و در مناطق بین دندریتی در نتیجه استحاله یوتکتیک $L\rightarrow\gamma+\gamma'$ است. فاز γ' در دمای محیط در حدود ۸۵ درصد ساختار را به خود اختصاص می‌دهد [1,6]. با کمک آنالیز تصویری، میزان فاز γ' در نواحی دندریتی آلیاژ در حدود ۵۰ درصد و در نواحی بین دندریتی تقریبا ۸۰ درصد ساختار تخمین زده شد. بر اساس اندازه‌گیری‌های انجام شده، نواحی دندریتی نیز در حدود ٤±٥٦ درصد ریز ساختار را به خود اختصاص می‌دهند. بنابراین در آلیاژ مورد بررسی در تحقیق حاضر میزان فاز γ' حدود ٦٣ تا ٦٦ درصد تعیین گردید. کمتر بودن میزان فاز γ' نسبت به آلیاژ مشابه در تحقیق لی و همکاران را می‌توان به نرخ سرمایش بالا در آلیاژ تحقیق حاضر نسبت داد. محلول جامد Ni یا γ دیگر موجود در آلیاژ است. این فاز نخستین فازی است که در هنگام انجماد آلیاژ تشکیل می‌شود و دندریت های آلیاژ را تشکیل می‌دهد. همچنین، در نواحی بین دندریتی محلول جامد نیکل در ساختار یوتکتیکی γ-γ' نیز دیده می‌شود. این فاز در تحقیق لی و همکاران، حدود ۵ تا ۱۵ درصد ساختار را به خود اختصاص می‌دهد [1,6,11]. دقیقاً به دلیل نرخ سرمایش زیاد در آلیاژ تحقیق حاضر میزان کسر حجمی این فاز در حدود ٢٦ تا ۳۰ درصد است. ذرات γ' در نواحی بین دندریت، نسبت به ذرات در ناحیه دندریتی درشت تر هستند. با توجه به جدایش ترجیحی آلومینیوم در مناطق بین دندریتی، مطابق دیاگرام دو تایی نیکل– آلومینیوم، شکل (۲)، غلظت این عنصر در مناطق بین

دندریتی نسبت به نواحی دندریتی بیشتر است، لذا دمای رسوب ذرات γ' در مناطق بین دندریتی نسبت به دندریت‌ها بالاتر بوده و این امکان رشد بیشتر آنها را فراهم می‌کند. ساختار غنی از زیرکونیوم نیز به صورت روشن در تصاویر مشاهده می‌شود که در مرحله نهایی انجماد تشکیل می‌شود. این ساختار شامل فازهای محلول جامد نیکل، Ni_5Zr و Ni_7Zr_2 است که در زمان سرد شدن، ذرات γ' از محلول جامد نیکل رسوب می‌کنند [8].

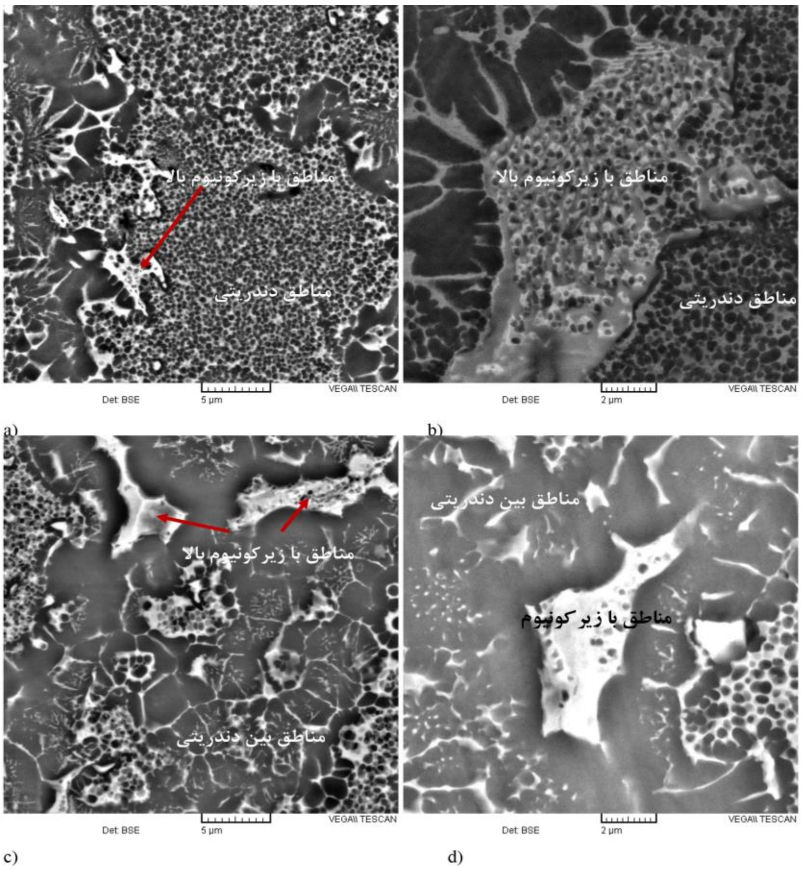
در شکل (۳) تصاویر میکروسکوپ الکترونی نمونه‌هایی که به مدت ۱۵ و ۳۰ دقیقه در ۱۱۰۰ درجه سانتیگراد تحت عملیات گرمایش سریع القایی قرارگرفته‌اند، نشان داده شده است. در اثر عملیات آنیل القایی یوتکتیک γ-γ' در مناطق بین دندریتی کاهش قابل توجهی داشته است. این کاهش در القاء به مدت ۳۰ دقیقه بیشتر به نظر می‌رسد. در شکل (٤) تغییرات کسر حجمی ساختار غنی از زیرکونیوم با زمان عملیات آنیل القایی و آنیل معمولی نشان داده شده است. مشخص است که انجام آنیل القایی توانسته است سبب کاهش بیشتری در میزان این ساختار شود. همچنین، شیب تغییرات ساختار غنی از زیرکونیوم به کمک آنیل القایی نسبت به آنیل معمولی بیشتر است. البته برای رسیدن به اطمینان بیشتر در این بخش احتیاج به انجام آنیل در زمان‌های بیشتری نیز احساس می‌شود.



شکل ۱ تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از نمونه ریختگی آلیاژ IC221M

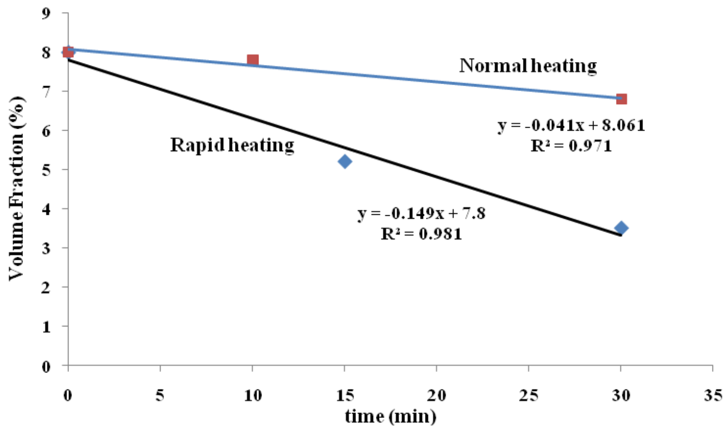


شکل ۲ ناحیه غنی از نیکل دیاگرام دوتایی نیکل- آلومینیوم که در آن دمای رسوب فاز γ' در مناطق دندریتی و بین دندریتی به صورت شماتیک نشان داده شده است

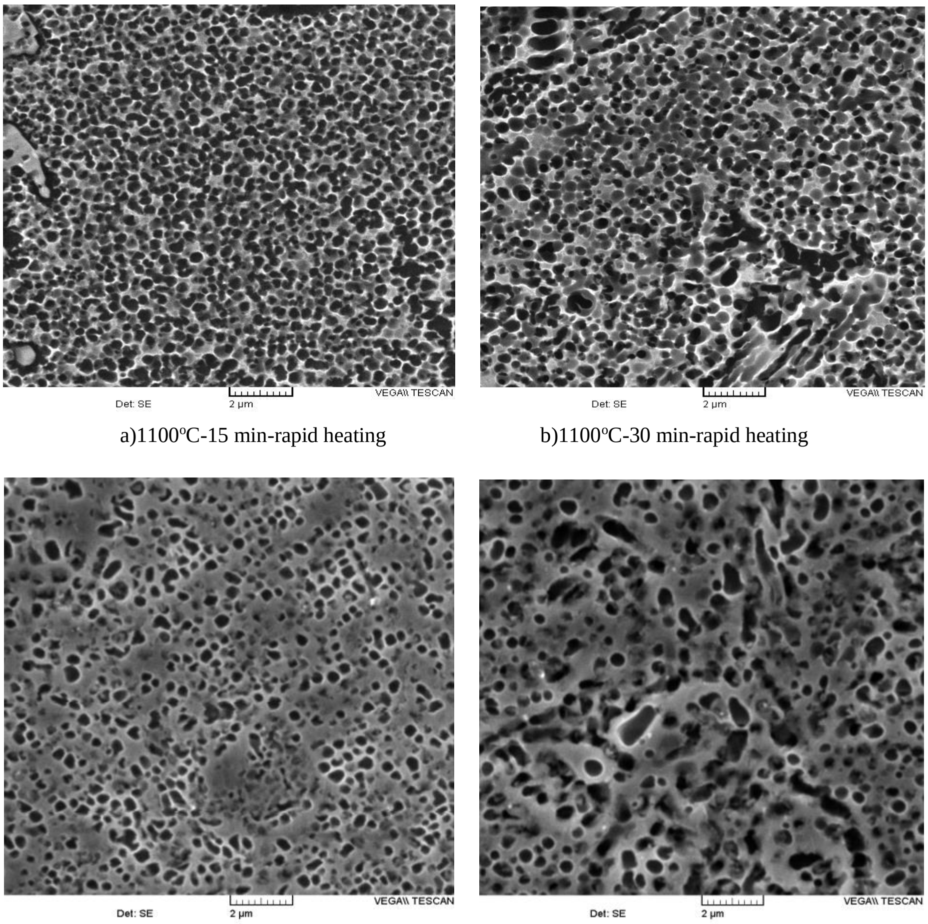


شکل ۳ تصاویر میکروسکوپ الکترونی نشان دهنده تغییرات ریزساختاری در مناطق بین دندریتی در اثر آنیل سریع القایی

a و b) 1100ºC-15 min و c و d) 1100ºC-30 min



شکل ٤ تغییرات کسر حجمی ساختار غنی از زیرکونیوم با زمان آنیل عادی و القایی



a)1100ºC-15 min-rapid heating b)1100ºC-30 min-rapid heating

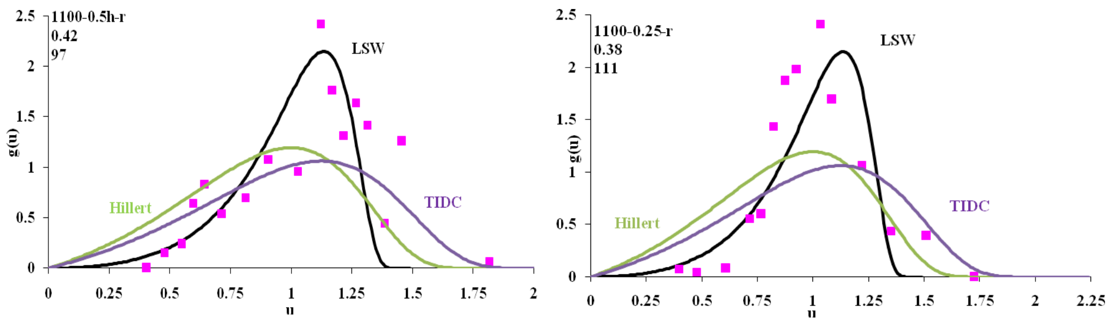
c)1100ºC-10min-normal heating d)1100ºC-30 min-normal heating

شکل ۵ تصاویر میکروسکوپ الکترونی نمونه های آنیل شده در شرایط گرمایش سریع a و b و گرمایش معمولی c و d

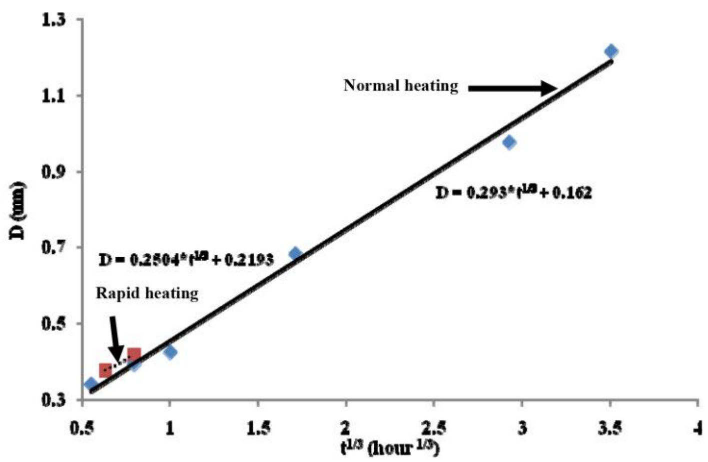
در شکل (۵) تصاویر میکروسکوپ الکترونی از نواحی دندریتی نمونه‌های آنیل شده به مدت ۱۵ و ۳۰ دقیقه در ۱۱۰۰ درجه سانتیگراد تحت شرایط القایی آورده شده است. در این شکل، تصاویر مربوط به آنیل به مدت ۱۰ و ۳۰ دقیقه در ۱۱۰۰ درجه سانتیگراد با کمک آنیل معمولی نیز آورده شده است. اندازه ذرات γ'

در شرایط آنیل القایی به مدت ۱۵ و ۳۰ دقیقه، به ترتیب ۰/۳۸ و ۰/۴۲ میکرومتر است. اندازه ذرات γ' نمونه های آنیل شده در شرایط معمولی، به مدت ۱۰ و ۳۰ دقیقه آنیل در ۱۱۰۰ درجه سانتیگراد به ترتیب ۰/۲۲ و ۰/۲۳ میکرومتر اندازه‌گیری شد. مطابق انتظار با افزایش ضریب نفوذ جزء (اجزاء) موثر در رشد در اثر پدیده القاء، اندازه ذرات بزرگتر شده‌اند. در شکل (٦) توزیع اندازه ذرات نمونه‌های آنیل شده تحت شرایط القاء آورده شده است. به نظر می‌رسد که توزیع ذرات در این شرایط نیز تبعیت مناسبی از تئوری واگنر دارند. درصد حجمی ذرات γ' نیز در این شرایط به ترتیب در حدود ٤±۳۹ و ۳±۳۳ اندازه‌گیری شد که در مقایسه با میزان درصد حجمی γ' در شرایط آنیل معمولی که به ترتیب حدود ۱±٤۸ و ۳±٤۳ برای آنیل به مدت ۱۰ و ۳۰ دقیقه است، کاهش قابل توجهی دارد.

با توجه به مکانیزم رشد نفوذی اندازه ذرات، مطابق با تئوری LSW که در آن شعاع ذرات با ریشه سوم زمان رابطه مستقیم دارد [12]، در شکل (۷) تغییرات اندازه ذرات γ' در شرایط آنیل القایی و معمولی بر حسب ریشه سوم زمان ترسیم و با هم مقایسه شده‌اند. بر این اساس، ثابت رشد اندازه ذرات در آنیل القایی تقریبا برابر با $0.25\ \mathrm{um.hr^{-1/3}}$ است که تفاوت چندانی با ثابت رشد آنیل معمولی ندارد. به این ترتیب، آنیل القایی تاثیر قابل توجهی بر مکانیزم و سرعت رشد ذرات ندارد.



شکل ٦ توزیع اندازه ذرات نمونه های آنیل شده تحت شرایط گرمایش سریع به مدت ۱۵ و ۳۰ دقیقه در ۱۱۰۰ درجه سانتیگراد، در هر یک از نمودارها، شرایط آنیل، متوسط اندازه ذره و تعداد ذراتی که اندازه آنها تعیین شده آورده شده است



شکل ۷ مقایسه ثابت رشد ذرات در عملیات آنیل القایی و معمولی در ۱۱۰۰ درجه سانتیگراد

تأثیر آنیل القایی بر سینتیک حذف ساختار غنی از زیرکونیوم و نیز رشد ذرات 'γ در مناطق دندریتی را می‌توان با توجه به نفوذی بودن هر دوی این فرایندها توجیه نمود. نفوذی بودن سبب می شود که پارامترها تسریع کننده سرعت نفوذ، سبب افزایش سرعت انجام این فرایندها باشند. اعمال تنش بر نمونه، از جمله این روش‌ها می‌باشد که خود می‌تواند با روش‌های مختلف بر نمونه وارد شود. یکی از روش‌های القای تنش، افزایش سریع دمای نمونه است. در اثر افزایش سریع دمای نمونه با تولید جاهای خالی غیر تعادلی ضریب نفوذ افزایش می‌یابد. همچنین وجود شیب دمایی در نمونه می تواند سبب تسریع حرکت جاهای خالی شود [13]. در تحقیق حاضر این پدیده توانسته است با افزایش ضریب نفوذ اجزاء محلول، سینتیک تغییرات را تسریع نماید. علاوه بر موارد بالا، القاء الکترومغناطیسی از دیگر روش‌های افزایش نرخ نفوذ است. به کمک گرمایش سریع با روش القاء، نیرویی الکترومغناطیسی بر نمونه وارد می‌گردد که با تنش حرارتی جمع شده و در نهایت منجر به افزایش پدیده نفوذ می‌شود و سرعت انجام فرایندهای کنترل شونده با نفوذ را افزایش می‌دهد [9,13]. در واقع گرمایش القایی آثار گرمایش سریع عادی را نیز با خود دارد و علاوه بر آن، با نیروی الکترومغناطیسی نیز نقش بیشتری در افزایش سرعت نفوذ دارد.

نتیجه‌گیری

۱. با توجه به نفوذی بودن حذف ساختار غنی از زیرکونیوم و ساختار سلولی یوتکتیکی در مناطق بین دندریتی، عوامل افزایش دهنده سرعت نفوذ عناصر سبب افزایش سرعت حذف این ساختار خواهند بود. به این ترتیب، انجام آنیل القایی با افزایش ضریب نفوذ عناصر، از جمله زیرکونیوم و آلومینیوم و زیرکونیوم، این عملیات سبب افزایش نرخ حذف ساختارغنی از زیرکونیوم و نیز ساختار یوتکتیک -γ 'γ می‌شود.

۲. آنیل القایی، در زمانهای کم، سرعت رشد ذرات رسوبی 'γ را در مناطق دندریتی افزایش می‌دهد، اما در ادامه تاثیر قابل توجهی بر ثابت رشد ذرات ندارد و به علاوه مکانیزم رشد ذرات نیز تحت تاثیر این عملیات تغییری نمی‌کند.

مراجع

1. Lee D., "Thermal aging effects on the microstructure, oxidation behavior and mechanical properties of as-cast Ni_3Al alloys", Ph. D. Thesis, University of Tennessee, Knoxville, (2004).
2. Lee W.H., Lin R.Y., "Oxidation, sulfidation and hot corrosion of intermetallic compound Fe_3Al at 605°C and 800°C", *Materials Chemistry and Physics*, Vol. 58, pp. 231-242, (1999).
3. Stoloff N.S., Lin C.T., Deevi S.C., "Emerging applications of intermetallics", *Intermetallics*, Vol. 8, pp. 1313-1320, (2000).
4. Lee W.H., Lin K.Y., "Hot corrosion mechanism of intermetallic compound Ni_3Al", *Materials Chemistry and Physics*, Vol. 77, pp. 86-96, (2003).
5. Deevi S.C., Sikka V.K., "Nickel and iron aluminides: an overview on properties, processing, and applications", *Intermetallics*, Vol. 4, pp. 357-375, (1996).
6. Lee D., Santella M.L., Anderson I.M., Pharr G.M., "Thermal aging effects on the microstructure and short-term oxidation behavior of a cast Ni3Al alloy", *Intermetallics*, Vol. 13, pp. 187–196, (2005).
7. Lee D.B., Santella M.L., "High temperature oxidation of Ni_3Al alloy containing Cr, Zr, Mo, and B",

Materials Science and Engineering A, Vol. 374, pp. 217–223, (2004).
8. Motejadded H.B., Soltanieh M., Rastegari S., "An investigation about the effect of annealing conditions on microstructure in a Ni3Al base alloy", *Journal of alloys and compounds*, Vol. 486, pp. 881-885, (2009).
9. Razavi S.H., Mirdamadi Sh., Arabi H., Szpunar J., "Mathematical Model of Influence of Induction Rapid Heating on Nucleation and Growth of Precipitates", *Materials Science and Technology*, Vol. 17, pp. 1205-1210, (2001).
10. Motejadded H.B., Soltanieh M., Rastegari S., "The dissolution mechanism of a zirconium rich structure in a Ni_3Al base alloy", *Journal of Materials Science and Technology*, Vol. 27, pp. 885-892, (2011).
11. Lee D.B., Santella M.L., "High temperature oxidation of Ni_3Al alloy containing Cr, Zr, Mo, and B", *Materials Science and Engineering A*, Vol. 374, pp. 217-223, (2004).
12. Lifshitz I.M., Slyozov V.V., "The kinetics of precipitation from supersaturated solid solutions", *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, Vol. 19, pp. 35-50, (1961).
13. Razavi S.H., Mirdamadi Sh., Szpunar J., Arabi H., "Improvement of age-hardening process of a nickel-base superalloy, IN738LC, by induction aging", *Journal of Materials Science*, Vol. 37, pp. 1461-1471, (2002).